MICROEMULSIONS AND THEIR USE IN FINISHING ABSORBENT CARRIER **SUBSTRATES**



Publication number: WO0044343 Publication date: 2000-08-03

Inventor:

FOERSTER THOMAS (DE); CLAAS MARCUS (DE);

WADLE ARMIN (DE); MUNK GABRIELE (DE)

Applicant:

HENKEL KGAA (DE); FOERSTER THOMAS (DE); CLAAS MARCUS (DE); WADLE ARMIN (DE); MUNK

GABRIELE (DE)

Classification:

- international:

A61K8/02; A61K8/06; A61K8/02; A61K8/04; (IPC1-7):

A61K7/48

- european:

A61K8/02C; A61K8/06C; A61Q19/00

Application number: WO2000EP00450 20000121 Priority number(s): DE19991003717 19990130

Also published as:

EP1143926 (A1) EP1143926 (A0) DE19903717 (A1)

EP1143926 (B1)

Cited documents:

EP0842606 DE19710149

DE19710155

EP0813862

Report a data error here

Abstract of WO0044343

The invention relates to oil-in-water type microemulsions which contain, as oil components, at least 30 % by weight, in relation to the total oil component, of C12-C24 dialkylether, C10-C32 hydrocarbons or mixtures thereof. Said microemulsions preferably contain cosmetic or dermatological active ingredients. for example oil-soluble active ingredients such as retinol, tocopherol or oil-soluble ascorbic acid esters, in quantities of between 1 and 20 % by weight of the oil component, or water-soluble active ingredients, for example water-soluble extracts of plants, algae or yeasts, in quantities of between 0.1 and 10 % by weight of the water content. The above microemulsions are preferably used for finishing flexible and absorbent carriers for skin cleansing and skin care or for dermatological treatments.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

R GEISTIGES EIGENTUM



(51) Internationale Patentklassifikation 7:

A61K 7/48

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/44343

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

3. August 2000 (03.08.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP00/00450

(22) Internationales Anmeldedatum: 21. Januar 2000 (21.01.00)

00) DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,

(81) Bestimmungsstaaten: AU, BR, CA, CN, CZ, HU, JP, MX, NO, PL, SK, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY,

(30) Prioritätsdaten:

199 03 717.5

30. Januar 1999 (30.01.99)

DE |

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FÖRSTER, Thomas [DE/DE]; Adalbert-Stifter-Strasse 15, D-40699 Erkrath (DE). CLAAS, Marcus [DE/DE]; Schützenstrasse 70 b, D-40723 Hilden (DE). WADLE, Armin [DE/DE]; Willbecker Strasse 105, D-40699 Erkrath (DE). MUNK, Gabriele [DE/DE]; Grünebergstrasse 77, D-22763 Hamburg (DE).

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE];

Henkelstrasse 67, D-40589 Düsseldorf (DE).

(54) Title: MICROEMULSIONS AND THEIR USE IN FINISHING ABSORBENT CARRIER SUBSTRATES

(54) Bezeichnung: MIKROEMULSIONEN UND DEREN VERWENDUNG ZUR AUSRÜSTUNG SAUGFÄHIGER TRÄGERSUBSTRATE

(57) Abstract

The invention relates to oil-in-water type microemulsions which contain, as oil components, at least 30 % by weight, in relation to the total oil component, of C₁₂-C₂₄ dialkylether, C₁₀-C₃₂ hydrocarbons or mixtures thereof. Said microemulsions preferably contain cosmetic or dermatological active ingredients, for example oil-soluble active ingredients such as retinol, tocopherol or oil-soluble ascorbic acid esters, in quantities of between 1 and 20 % by weight of the oil component, or water-soluble active ingredients, for example water-soluble extracts of plants, algae or yeasts, in quantities of between 0.1 and 10 % by weight of the water content. The above microemulsions are preferably used for finishing flexible and absorbent carriers for skin cleansing and skin care or for dermatological treatments.

(57) Zusammenfassung

Mikroemulsionen vom Typ Öl-in-Wasser enthalten als Ölkomponenten Dialkylether mit 12 – 24 C-Atomen, Kohlenwasserstoffe mit 10 – 32 C-Atomen oder Gemische davon in einer Menge von wenigstens 30 Gew.-% der gesamten Ölkomponente. Bevorzugt sind kosmetische oder dermatologische Wirkstoffe, z.B. öllösliche Wirkstoffe wie Retinol, Tocopherol oder öllösliche Ascorbinsäureester in Mengen von 1 – 20 Gew.-% der Ölkomponente oder wasserlösliche Wirkstoffe, z.B. wasserlösliche Extrakte von Pflanzen, Algen oder Hefen in einer Menge von 0,1 – 10 Gew.-% des Wasseranteils darin enthalten. Die Mikroemulsionen eignen sich bevorzugt zur Ausrüstung flexibler und saugfähiger Träger zur Reinigung und Pflege oder zur dermatologischen Behandlung der Haut.

(a)

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

4L	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU .	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
ΑZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	(E	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien .	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	ZW	Zimbabwe
СМ	Kamerun		Korea	PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumānien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		·
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		
	AM AT AU AZ	Armenien AT Österreich AU Australien AZ Aserbaidschan BAB Bosnien-Herzegowina BB Barbados BE Belgien BF Burkina Faso BU Bulgarien BJ Benin BR Brasilien BY Belarus CA Kanada CF Zentralafrikanische Republik CG Kongo CH Schweiz CI Côte d'Ivoire CM Kamerun CN China CU Kuba CZ Tschechische Republik DE Deutschland DK Dänemark	AM Armenien FI AT Österreich FR AU Australien GA AZ Aserbaidschan GE BB Barbados GH BB Barbados GH BB Burkina Faso GR BB Bulgarien HU BB Benin IE BR Brasilien IL BY Belarus IS CA Kanada IT CF Zentralafrikanische Republik JP CG Kongo KE CH Schweiz KG CH Kamerun CN China KR CU Kuba KZ CU Tschechische Republik LC DE Deutschland LI DK Dänemark LK	AM Armenien FI Finnland AT Österreich FR Prankreich AU Australien GA Gabun AZ Aserbaidschan GB Vereinigtes Königreich BB Barbados GH Ghana BB Barbados GH Ghana BB Belgien GN Guinea BB Burkina Faso GR Griechenland BB Bulgarien HU Ungarn BB Benin IE Irland BB Brasilien IL Israel BB Barbados IT Italien CK Asada IT Italien CK Zentralafrikanische Republik JP Japan CCG Kongo KE Kenia CCG Kongo KE Kenia CCI Cote d'Ivoire KP Demokratische Volksrepublik CCM Kamerun CN China KR Republik Korea CCU Kuba CCZ Tschechische Republik LC St. Lucia CDE Deutschland CDE Deutschland CDE Denemark CDE Licchtenstein CDE Denemark CDE Carbado LI Licchtenstein CDE Deutschland CDE Deutschland CDE Denemark CDE Carbado LI Licchtenstein CDE Deutschland CDE CARDAD CAR	Armenien FI Finnland LT AT Österreich FR Frankreich LU Australien GA Gabun LV AZ Aserbaldschan GB Vereinigtes Königreich MC AZ Aserbaldschan GB GE Georgien MD AB Bosnien-Herzegowina GE Georgien MD AB Barbados GH Ghana MG AB Belgien GN Guinea MK AB Burkina Faso GR Griechenland BI Belgien HU Ungarn ML AB Benin IE Irland MR AB Brasilien IL Israel MR AB Brasilien KE Kenia NE AB CA Kanada IT Italien MX AB CA Kanada KE Kenia NE AB CG Kongo KE Kenia NE AB CG KORGO KE KE Kenia NE AB CG KORGO KE KE KENIA NO AB CE COLO China KR Republik Korea PT CE Kuba KZ Kasachstan RO CE Tschechische Republik LC St. Lucia RU AB CE Deutschland LI Liechtenstein SD CE Denterschland LI Liechtenstein SD CE DENTERSCHIERTER CE BROWNER CE BROWNER CE Kasachsten RO CE Deutschland LI Liechtenstein SD CE Deutschland LI Liechtenstein SD CE DENTERSCHIERTER CE BROWNER CE KENIA CE Lucia RU CE Deutschland LI Liechtenstein SD CE DENTERSCHIERTER CE BROWNER CE KENIA CE Lucia SC CE TSCHECHISCHE REPUBLIK LI Liechtenstein SD CE DEUTSCHIANA CE LIE CHONGE CE CENTRALETER CE KORGO CE CENTRALETER CE KORGO CE CENTRALETER CE KORGO CE CENTRALETER CE CENTRALETER CENT	Armenien FI Finnland LT Litauen AT Österreich FR Frankreich LU Luxemburg AU Australien GA Gabun LV Lettland AZ Aserbaldschan GB Vereinigtes Königreich MC Monaco BA Bosnien-Herzegowina GE Georgien MD Republik Moldau BB Barbados GH Ghana MG Madagaskar BB Blegien GN Guinea MK Die ehemalige jugoslawische BB Burkina Faso GR Griechenland Republik Mazedonien BB Burkina Faso GR Griechenland Republik Mazedonien BB Brasilien HU Ungarn ML Mali BB Brasilien IL Israel MR Mauretanien BB Brasilien IL Israel MR Mauretanien BB Brasilien II Israel MR Mauretanien BCA Kanada IT Italien MX Mexiko CF Zentralafrikanische Republik JP Japan NE Niger CG Kongo KE Kenia NL Niederlande CCG Kongo KE Kenia NL Niederlande CCG Kongo KE Kenia NL Niederlande CCH Schweiz KG Kirgisistan NO Norwegen CCI COte d'Ivoire KP Demokratische Volksrepublik NZ Neuseeland CCM Kamerun Korea PL Polen CCI Kuba KZ Kasachstan RO Rumānien CCI Kuba KZ Kasachstan RO Rumānien CCI Tschechische Republik LC St. Lucia RU Russische Föderation CCI Deutschland LI Liechtenstein SD Sudan CCI Denocratische LI Liechtenstein SD Sudan CCI Danemark LK Sri Lanka SE Schweden	AM Armenien FI Finnland LT Litauen SK AT Österreich FR Prankreich LU Luxemburg SN AU Australien GA Gabun LV Lettland SZ AZ Aserbaidschan GB Vereinigtes Königreich MC Monaco TD BA Bosnien-Herzegowina GE Georgien MD Republik Moldau TG BB Barbados GH Ghana MG Madagaskar TJ BB Belgien GN Guinea MK Die ehemalige jugoslawische TM BF Burkina Faso GR Griechenland Republik Mazedonien TR BG Bulgarien HU Ungarm ML Mali TT BJ Benin IE Irland MN Mongolei UA BR Brasilien IL Israel MR Mauretanien UG BR Brasilien IL Israel MR Mauretanien UG BR Belarus IS Island MW Malawi US CA Kanada IT Italien MX Mexiko CF Zentralafrikanische Republik JP Japan NR Niger UZ CK Kongo KE Kenia NL Niederlande VN CK Schweiz KG Kirgisistan NO Norwegen YU CK Cote d'Ivoire KP Demokratische Volksrepublik NZ Neuseeland ZW CM Kamerun KOREA Republik Korea PT Portugal CCU Kuba KZ Kasachstan RO Rumänien CCU Kuba KZ Kasachstan RO Rumänien CCU Kuba CX Lucia RU Russische Föderation CK Dänemark LK Sri Lanka SE Schweden

WO 00/44343 PCT/EP00/00450

"Mikroemulsionen und deren Verwendung zur Ausrüstung saugfähiger Trägersubstrate"

Die Erfindung betrifft Mikroemulsionen mit einem Gehalt an öllöslichen oder wasserlöslichen kosmetischen oder dermatologischen Wirkstoffen und hautverträglichen Ölkomponenten, die sich zur Reinigung, Pflege oder zur dermatologischen Behandlung der Haut und zur Ausrüstung flexibler, saugfähiger Träger eignen.

Mikroemulsionen sind optisch isotrope, thermodynamisch stabile Systeme, die eine wasserunlösliche Ölkomponente, Emulgatoren und Wasser enthalten und die aufgrund ihrer sehr niedrigen Tröpfchengröße, die im wesentlichen unter 100 nm, mit Mittel immer unter 50 nm liegt, ein klares bzw. transparentes Aussehen haben.

Mikroemulsionen haben wegen ihrer gegenüber Makroemulsionen höheren Stabilität, feineren Verteilung der inneren Phase, der meist höheren Effektivität und der besseren transdermalen Penetration der darin eingearbeiteten Wirkstoffe eine erhebliche Bedeutung bei der Formulierung kosmetischer und pharmazeutischer Zubereitungen.

Aus DE 195 47 986 C1 waren O/W-Mikroemulsionen bekannt, die unter Verwendung von Fettsäure-N-polyhydroxyalkylamiden oder Alkyl-(oligo)-glucosiden als Emulgatoren und Fettsäure- oder Fettalkohol-Estern als Ölkomponenten erhalten wurden. Diese Emulsionen weisen zwar Teilchengrößen unter 300 nm auf, sind aber noch nicht völlig optisch klar, insbesondere sind sie empfindlich gegenüber Wirkstoffen aller Art. Der Versuch Wirkstoffe in solche Emulsionen einzuarbeiten, führt zur Vergrößerung der Emulsionströpfehen und zur Trübung des Systems.

WO 00/44343 PCT/EP00/00450

Aus DE 44 11 557 A1 waren Mikroemulsionen bekannt, deren Ölphase wenigstens teilweise ein Dialkylether mit insgesamt 12 – 24 C-Atomen darstellt. Diese Mikroemulsionen sind zwar sehr feinteilig und optisch klar, jedoch ist auch der Existenzbereich dieser Mikroemulsionen bei Einarbeitung organischer Wirkstoffe sehr begrenzt.

Es bestand daher die Aufgabe, Mikroemulsionen zu entwickeln, deren Existenzbereich breiter und gegenüber eingearbeiteten öllöslichen und wasserlöslichen Wirkstoffen unempfindlicher ist. Es bestand weiterhin die Aufgabe, Emulsionen zu entwickeln, die sich zur Imprägnierung und Ausrüstung flexibler und saugfähiger Trägermaterialien, z.B. von Geweben, Faservliesen oder Schaumstoffen eignen.

Aus WO 97/07195 war zwar schon bekannt, daß sich emulsionsförmige Reiniger mit antimikrobiellen Stoffen, die einen mittleren Teilchendurchmesser von höchstens 1 μm (1000 Nanometer) haben, sich zur Ausrüstung flexibler, saugfähiger Substrate z.B. feuchter Baby-Reinigungstücher eignen. Dort sind aber keine Mikroemulsionen mit Teilchengrößen unter 100 Nanometern offenbart. Je gröber die Tröpfchengröße von Emulsionen bei der Behandlung saugfähiger Substrate ist, desto größer ist auch die Gefahr, daß diese Emulsionen sich durch Filtrations- oder Chromatographie-Effekte auf diesen Substraten trennen und daher die Ölkomponenten und Wirkstoffe sehr ungleichmäßig auf dem Substrat verteilt sind, speziell dann, wenn die Behandlung durch einfaches Tränken des Substrats mit der Emulsion erfolgt.

Es wurde nunmehr festgestellt, daß sich klare bzw. transparente Mikroemulsionen mit Tröpfehengrößen von weniger als 100 Nanometern besonders gut zur Ausrüstung saugfähiger Substrate eignen. Obwohl prinzipiell alle Mikroemulsionen mit einer mittleren Tröpfehengröße von weniger als 100 Nanometern für diese Anwendung sehr gut geeignet sind, weisen erfindungsgemäße Mikroemulsionen wegen ihrer besonders hohen Stabilität und Unempfindlichkeit gegenüber darin enthaltenen Wirkstoffkomponenten aller Art besondere technische Vorteile für die Ausrüstung saugfähiger Substrate auf.

Gegenstand der Erfindung sind daher Mikroemulsionen vom Typ Öl-in-Wasser mit einem Gehalt an kosmetischen und dermatologischen Wirkstoffen und hautverträglichen Ölkomponenten und mit einer mittleren Tröpfchengröße unter 100 nm, die als Ölkomponenten Dialkylether mit 12-24 C-Atomen, Kohlenwasserstoffe mit 10-32 C-Atomen oder Gemische davon in einer Menge von wenigstens 30 Gew.-% der gesamten Ölkomponenten enthalten.

Die Methoden zur Herstellung von Mikroemulsionen bestehen im Prinzip darin, daß man Mischungen aus Wasser, Emulgatoren und Ölkomponente herstellt und die optisch isotropen und thermodynamisch stabilen Existenzbereiche in dem aus diesen Komponenten gebildeten Dreiphasendiagramm ermittelt. Im folgenden werden aber nähere Einzelheiten zur gezielten Herstellung der erfindungsgemäßen Mikroemulsionen gegeben. Als Dialkylether eignen sich sowohl unsymmetrische Ether wie z.B. Cetyl-Methylether oder Lauryl-isobutylether, als auch symmetrische Dialkylether wie z.B. Di-n-Octylether oder Di-n-Decylether. Auch Ethergemische wie z.B. C₈-C₁₂-Alkyl-, C₈- C₁₀-Alkylether können verwendet werden. Bevorzugt sind aber symmetrische, lineare Dialkylether, insbesondere Di-n-octylether.

Als Kohlenwasserstoffe eignen sich bevorzugt flüssige Kohlenwasserstoffe mit bis zu 32 C-Atomen. Geeignete Kohlenwasserstoffe sind z.B. n-Decan, n-Dodecan, n-Tetradecan, n-Hexadecan, Isohexadecan, 1,3-Di-(2-ethylhexyl)-cyclohexan, Triisobuten, Pentapropylen und andere flüssige Oligoolefine sowie deren Hydrierungsprodukte.

Als hautverträgliche Ölkomponenten können darüber hinaus auch andere, insbesondere in der Kosmetik gebräuchliche Öle, z.B. Fettsäure- oder Fettalkoholester, Triglyceride, verzweigte flüssige Alkohole wie z.B. 2-Octyl-dodecanol oder 2-Hexyl-decanol oder andere flüssige Kohlenwasserstoffe z.B. Paraffinöle oder Squalan enthalten sein. Auch bei 20° C feste, in Kohlenwasserstoffen oder Dialkylethern lösliche Fettstoffe können in geringerem Umfange enthalten sein, solange das Gemisch der enthaltenen Öl- und Fettkomponenten bei 20° C flüssig ist. Solche weiteren, nicht-flüssigen Fettstoffe können z.B. feste Triglyceridfette, Wachse oder Paraffine sein. Insgesamt soll der Anteil an Dialkylethern mit 12 – 24 C-Atomen und/oder Kohlenwasserstoffen mit 10 – 32 C-Atomen

jedoch wenigstens 30 Gew.-% der gesamten Öl- und Fettkomponenten ausmachen. Insgesamt sind bevorzugt 0,5 – 10 Gew.-% an hautverträglichen Ölkomponenten in den erfindungsgemäßen Mikroemulsionen enthalten.

Als kosmetische oder dermatologische Wirkstoffe können alle in den genannten Ölkomponenten löslichen Substanzen mit einer günstigen Wirkung auf die Schönheit oder Gesundheit der Haut enthalten sein. Es können aber auch wasserlösliche Wirkstoffe enthalten sein, die eine günstige Wirkung auf den kosmetischen oder den gesundheitlichen Zustand der Haut oder des Bindegewebes haben. Bevorzugt enthalten die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen als kosmetische und dermatologische Wirkstoffe öllösliche Wirkstoffe in einer Menge von 1 - 20 Gew.-% der Ölkomponenten oder wasserlösliche Wirkstoffe in einer Konzentration von 0,1 – 10 Gew.-% des Wasseranteils oder beide Arten von Wirkstoffen.

Als öllösliche Wirkstoffe sind solche zu verstehen, die bei 20° C zu wenigstens 1 Gew.-% in der Ölkomponente löslich sind. Geeignete öllösliche kosmetische Wirkstoffe sind z.B. Silikonöle, Ceramid und Ceramidanaloge, Sterine, z.B. Cholesterin oder Phytosterine, öllösliche Vitamine oder Vitamin-Derivate wie z.B. Tocopherol, Tocopherolester, Retinol und Retinolester, Ascorbylpalmitat, Carotine und deren Derivate, γ -Linolensäure und deren Ester, Farnesol, , öllösliche Antioxidantien, öllösliche antimikrobielle Stoffe , öllösliche Pflanzenextrake und physiologisch wirksame Pflanzenöle.

Als wasserlösliche kosmetische Wirkstoffe können z.B. ∞-Hydroxycarbonsäuren oder deren Salze z.B. Zink-Gluconat, Pyrrolidoncarbonsäure, Ascorbinsäure, Aminosäure, Phytinsäure, Biotin, Rahmnose, Fucose, Panthenol, Pantothenate, Hyaluronsäure und deren Salze, Allantoin, Enzyme, wasserlösliche antimikrobielle Stoffe, z.B. p-Hydroxybenzoesäure, deren Ester und Salze, Natriumsalicylat, 1,6-Hexandiol, 1,5-Pentandiol, Chitosan, Triclosan, Chlorhexidin, Collagen und Proteinhydrolysate, wasserlösliche Extrakte aus Pflanzen und Pflanzenteilen z.B. Samen, Algen, Hefen oder tierischem Gewebe sowie wasserlösliche Deodorantien, z.B. Aluminiumhydroxychlorid oder Alaun.

Bevorzugte Mikroemulsionen gemäß der vorliegenden Erfindung enthalten als öllösliche Wirkstoffe bevorzugt Retinol, Tocopherol oder deren öllösliche Derivate oder öllösliche Ascorbinsäureester, bevorzugt in einer Menge von 0,2 – 2 Gew.-%. Bevorzugte erfindungsgemäße Mikroemulsionen enthalten als wasserlösliche Wirkstoffe bevorzugt wasserlösliche antimikrobielle Stoffe oder wasserlösliche Extrakte aus Pflanzen oder Pflanzenteilen, Algen oder Hefen.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Mikroemulsionen eignen sich alle für die Emulgierung kosmetischer und pharmazeutischer Öle geeigneten, physiologisch und dermatologisch verträglichen Emulgatoren. Bevorzugt verwendet man für diesen Zweck nichtionogene Ethylenoxid-Addukte mit HLB-Werten von 6 – 12. Unter dem HLB-Wert wird dabei ein aus der Struktur errechenbarer Wert gemäß HLB = 0,2 (100 - L) verstanden, worin L der Anteil der lipophilen Alkyl- oder Acylgruppen in Gewichtsprozent des Gesamtmoleküls ist. Geeignete Emulgatoren sind z.B. die Anlagerungsprodukte von 5 Mol Ethylenoxid an Cetyl- und/oder Oleylalkohol-Gemische (Cetyl-/Oleylalkohol + 5 EO) oder von 3 Mol Ethylenoxid an Lauryl-/Myristylalkohol-Gemische (Lauryl-/Myristylalkohol + 3 EO).

Als Coemulgatoren eignen sich hydrophilere Emulgatoren, z.B. vom Typ der nichtionischen Ethylenoxidaddukte mit HLB-Werten oberhalb von 12 oder vom Typ der wasserlöslichen ionischen Tenside.

Besonders vorteilhafte Emulgatoren zur Herstellung erfindungsgemäßer Mikroemulsionen sind Alkyl-(oligo)-glucoside in Kombination mit Coemulgatoren vom Typ der polaren Lipide. Mit dieser Emulgatorkombination lassen sich Mikroemulsionen schon mit einem Emulgatoranteil von weniger als 1 Gewichtsteil Emulgator pro Gewichtsteil der Ölkomponente herstellen.

Alkyl-(oligo)-glucoside sind bekannte oberflächenaktive Stoffe und auf dem Markt unter der Verkaufsbezeichnung Plantaren® 1200 oder Plantaren® 2000 erhältlich. Sie enthalten eine lineare C₈ – C₁₆ – Alkylgruppe glucosidisch an ein Glucosemolekül oder ein

oligomeres Glucosemolekül gebunden. Der Oligomerisationsgrad des Glucosidrestes der handelsüblichen Alkyl-(oligo)-glucoside liegt im Mittel zwischen 1 und 2.

Die als Coemulgatoren geeigneten polaren Lipide sind gekennzeichnet durch eine bevorzugt lineare Alkyl- oder Acylgruppe mit 12 – 22 C-Atomen und eine polare Gruppe, z.B. eine Hydroxylgruppe, eine Hydroxypropylgruppe, eine Oxethylgruppe oder eine Dihydroxypropoxygruppe. Geeignete polare Lipide sind z.B. C₁₆-C₂₂-Fettalkohole, Ethylenglycolmonoether von linearen C₁₂-C₁₈-Fettalkoholen oder Fettsäure-(C₁₂-C₂₂)-Monoglyceride oder Sorbitanmonostearate. Auch andere polare Lipide, z.B. Lecithine oder ganz allgemein nichtionogene Emulgatoren mit HLB-Werten unterhalb von 5 (lipophile Tenside) eignen sich als Coemulgatoren.

Bevorzugte erfindungsgemäße Mikroemulsionen enthalten daher als Emulgatoren Alkyl(oligo)-glucoside mit linearen Alkylgruppen mit 8-16 C-Atomen und mittleren
Oligomerisationsgraden von 1-2 und als Coemulgatoren lipophile Tenside oder polare
Lipide. Die Ölkomponenten, Emulgatoren und Coemulgatoren sind darin bevorzugt in
einem Gewichtsverhältnis von 1:(0,2-1):(0,1-0,5) enthalten.

Zusätzlich können die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen noch Hilfsmittel enthalten, die den Geruch, die Lagerstabilität und das Aussehen verbessern. Solche Hilfsmittel sind z.B. Farbstoffe, Duftstoffe, Verdickungsmittel (wasserlösliche Polymere), pH-Stellmittel, Puffersubstanzen und niedere Alkohole, Glycole oder Glycerin.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Mikroemulsionen erfordert keine besondere Technik: Ölkomponente, öllösliche Wirkstoffe, Emulgatoren, Coemulgatoren und ggf. öllösliche Hilfsstoffe werden gemischt, gegebenenfalls zur Herstellung einer homogenen Lösung erwärmt und in die erwärmte Lösung werden dann Wasser, das ebenfalls auf die Temperatur der Ölphase erwärmt sein sollte, und nacheinander die wasserlöslichen Hilfsstoffe eingerührt.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Mikroemulsionen vom Typ Öl-in-Wasser mit einem Gehalt an kosmetischen oder dermatologischen Wirkstoffen WO 00/44343

7

PCT/EP00/00450

und hautverträglichen Ölkomponenten und mit einer mittleren Tröpfchengröße von unter 100 Nanometern zur Ausrüstung saugfähiger Substrate zur Reinigung, Pflege oder dermatologischen Behandlung der Haut. Für diesen Zweck sind die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen besonders gut geeignet.

Die typischen Einsatzgebiete solcher Träger sind z.B. Tampons und Zellstoffpads sowie Feuchtreinigungstücher zur Hautreinigung, z.B. für die Babypflege oder für die Make-Up-Entfernung. Weitere Einsatzgebiete solcher Träger sind z.B. Gesichtsmasken zur kosmetischen Behandlung der Gesichtshaut oder therapeutische, z.B. transdermal wirkende oder kosmetische Pflaster zur lokalen Langzeit-Hautbehandlung.

Als flexible und saugfähige Träger im Sinne der Erfindung eignen sich z.B. Träger aus Textilfasern, Kollagen oder polymeren Schaumstoffen. Als Textilfasern können sowohl Naturfasern wie z.B. Cellulose (Baumwolle, Leinen), Seide, Wolle, Regeneratcellulose (Viskose, Rayon), Cellulosederivaten als auch synthetische Fasern wie z.B. Polyester-, Polyacrylnitril-, Polyamid- oder Polyolefin-Fasern oder Mischungen solcher Fasern, gewebt oder ungewebt verwendet werden. Diese Fasern können zu saugfähigen Wattepads, Vliesstoffen oder zu Geweben oder Gewirken verarbeitet sein.

Kollagenfasern oder gefriergetrocknete Kollagenschäume sind z.B. als Wirkstoffträger für Gesichtsmasken und Wundauflagen geeignet. Auch flexible und saugfähige polymere Schaumstoffe, z.B. Polyurethanschäume und Polyamidschäume oder andere mikroporöse Polymere sind geeignete Trägersubstrate.

Als saugfähig im Sinne der Erfindung sind solche Trägersubstrate anzusehen, die bei 20° C wenigstens 10 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, an Wasser adsorptiv oder kapillar binden können. Bevorzugt eignen sich aber solche Träger, die wenigstens 100 Gew.-% ihres Trockengewichtes an Wasser adsorptiv oder kapillar binden können.

Ein weiterer Erfindungsgegenstand ist das Verfahren zur Herstellung flexibler Artikel zur Reinigung, Pflege oder dermatologischen Behandlung der Haut, bei dem man flexible und saugfähige Träger, bevorzugt aus der Gruppe der Fasermaterialien, mit erfindungsgemäßen

Mikroemulsionen behandelt und gegebenenfalls trocknet. Die Behandlung bzw. Ausrüstung der Trägermaterialien mit den erfindungsgemäßen Mikroemulsionen kann nach beliebigen Verfahrensweisen, z.B. durch Aufsprühen, Tauchen und Abquetschen, Durchtränken oder einfach durch Einspritzen der Mikroemulsion in die Trägersubstrate erfolgen. Wenn die erfindungsgemäß ausgerüsteten Träger zur Reinigung der Haut verwendet werden sollen, so kann die Trocknung unterbleiben. Es werden so z.B. Feuchtreinigungstücher oder Feuchtreinigungspads erhalten, die ohne zusätzlichen Wassereinsatz zur Reinigung geeignet sind. Ein besonderer Vorteil der Mikroemulsion gegenüber grobteiligen Emulsionen zeigt sich darin, daß die Mikroemulsion sich aufgrund der Kapillarkräfte gleichmäßig in dem Träger verteilt, ohne daß es zu Inhomogenitäten aufgrund von Filtrations- oder Chromatographie-Effekten kommt. In jedem Fall sind Ölkomponenten und Wirkstoffe gleichmäßig in dem Träger verteilt.

Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern:

Beispiele

Es wurden die in Tabelle I aufgeführten Mikroemulsionen nach folgenden Verfahren hergestellt: Ölkomponenten, Emulgator, Coemulgator und öllösliche Wirkstoffe wurden gemischt und auf 70° C erwärmt. In die erwärmte Lösung wurde auf 30° C erwärmtes Wasser und dann die wasserlöslichen Hilfsstoffe unter Rühren zugegeben. Zuletzt wird das Parfümöl bei 35° C zugegeben. Es bildeten sich spontan klare Mikroemulsionen.

Tabelle 1

Bestandteile	1	2	3	4	5
Cetiol OE	4,0	2,0	1,0	1,0	2,0
Eutanol G	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5
Parfümöl (rose douce)	1,0	0,3	0,3	0,3	0,3
Plantacare®1200 *)	1,71	0,86	0,86	0,86	0,86
Plantacare® 2000 *)	1,14	0,57	0,57	0,57	0,57
Monomuls® 90-0-18	0,64	0,36	0,36	0,36	0,36
Silikonöl	-	-	1,0	1,0	-
Copherol F 1300	1,0	0,5	-	-	-
Algenextrakt SHP 3000	-	-		3,0	-
Grüner Tee Destillat	•	-	-	-	-
Grüner Tee Extrakt	-	-	-	-	-
1,6-Hexandiol	-	-	-	-	-
Phenoxyethanol	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Na-Salicylat		0,25	0,25	0,25	0,25
Methylparaben-Na		0,25	0,25	0,25	0,25
Citronensäure	0,06	0,15	0,15	0,15	0,15
Glycerin	3,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Wasser	85,95	91,83	92,26	89,26	89,26
Teilchengröße [nm]	34	31	24	27	24

^{*)} Die Gew.-%-Angaben beziehen sich auf wasserfreie Aktivsubstanz

Fortsetzung Tabelle 1

Bestandteile	6	7	8	9
Cetiol OE	2,0	2,0	2,0	2,0
Eutanol G	0,5	0,5	0,5	0,5
Parfümöl (rose douce)	0,3	0,3	0,3	0,3
Plantacare®1200°)	0,86	0,86	0,86	0,86
Plantacare®2000 *)	0,57	0,57	0,57	0,57
Monomuls® 90-0-18	0,36	0,36	0,36	0,36
Silikonöl	-	-	-	-
Copherol F 1300	•	-	-	-
Algenextrakt SHP 3000		-	-	-
Grüner Tee Destillat	3,0	-	-	-
Grüner Tee Extrakt	-	0,25	-	-
1,6-Hexandiol	-	-	2,0	-
Phenoxyethanol	0,5	0,5	0,5	0,5
Na-Salicylat	0,25	0,25	0,25	0,25
Methylparaben-Na	0,25	0,25	0,25	0,25
Citronensäure	0,15	0,15	0,15	0,15
Glycerin	2,0	2,0	2,0	2,0
Wasser	89,26	92,01	90,51	92,26
Teilchengröße [nm]	25	27	24	24

Die Bestimmung der Teilchengröße erfolgte mit Hilfe eines MICROTRAC UPA (Fa. MICROTRAC, ultrakompaktes Feinstkorngranulometer, Modell 3.150)

Es wurden kosmetische Feuchtreinigungstücher für die Hautpflege und zur Make-Up-Entfernung unter Verwendung der Mikroemulsionen gemäß Beispiel 1 – 9 hergestellt. Hierzu wurde 100 g der Mikroemulsion auf 34 g des zu einer Rolle von 4 m aufgewickelten Vliestuches (70 % Viskose, 30 % Polyester) aufgetropft. Das Vliestuch kann

auch durch Aufsprühen der Mikroemulsion auf das Tuch vor dem Aufrollen mit einer Menge von ca. 45 g/m² ausgerüstet werden.

Es wurden die folgenden Handelsprodukte eingesetzt:

Cetiol®OE

: Di-n-octylether

Hersteller: Henkel KGaA

Eutanol®G

: 2-Octyl-dodecanol

Hersteller: Henkel KGaA

Plantacare®1200

: C₁₂₋₁₆-Fettalkyloligo-(1,4)-glucosid

(Paste, 50 %ig in Wasser) Hersteller: Henkel KGaA

Plantacare®2000

: C_{8-16} -Fettalkyloligo-(1,4)-glucosid

(Lösung, 52 %ig in Wasser) Hersteller: Henkel KGaA

Monomuls 90 –0-18

: Glycerinmonooleat (Monoglyceridgehalt mind 90 Gew.-%,

freies Glycerin max. 2 Gew.-%)

Hersteller: Henkel KGaA (C.F. Grünau)

Herbasol® Destillat

Grüner Tee

: Hersteller: Cosmetochem

Grüner Tee Extrakt 20747: Hersteller: Novarom

Algenextrakt SPH 3000 : Lieferant: Interorgana

Hersteller: IGV Institut für Getreideverarbeitung GmbH

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

☐ BLACK BORDERS				
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES				
☐ FADED TEXT OR DRAWING				
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING	· .		. :	
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES				,
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPH	IS			
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS	÷	•		٠.
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT		•	*	

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

U OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.